

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **06057121 A**

(43) Date of publication of application: **01 . 03 . 94**

(51) Int. Cl. **C08L 71/02**
C08K 5/17
C08K 5/54
C08K 5/57

(21) Application number: **04214068**

(71) Applicant: **SEKISUI CHEM CO LTD**

(22) Date of filing: **11 . 08 . 92**

(72) Inventor: **TODA TOMOMOTO**
MURAYAMA YUKIHIKO

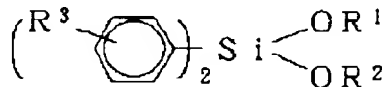
(54) **ROOM-TEMPERATURE-CURABLE
COMPOSITION**

COPYRIGHT: (C)1994,JPO&Japio

(57) Abstract:

PURPOSE: To obtain the room-temperature-curable composition which cures rapidly and is useful as a sealing material by incorporating an organotin compound, an amine compound, and a specific organosilicon compound into a specific polymer having a crosslinkable terminal group.

CONSTITUTION: 100 pts.wt. polymer which has a backbone consisting substantially of a polyether and has a crosslinkable, hydrolyzable silyl group at its terminal (wherein the backbone is especially desirably polyoxypropylene from the standpoint of material properties after cure, while the silyl group is especially desirably an alkoxysilyl from the standpoint of storage stability) is mixed with 0.1-10 pts.wt. organotin compound, 0.02-10 pts.wt. amine compound, and 0.01-8 pts.wt. diaryldialkoxysilane represented by the formula (wherein R¹ and R² each is a 1-3C alkyl and R³ is H or a 1-12C alkyl) to obtain this composition, which cures rapidly and satisfies necessary sealant properties such as tensile properties. The composition is hence useful as a sealing material, etc.



(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-57121

(43)公開日 平成6年(1994)3月1日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
C 0 8 L 71/02	L Q C	9167-4 J		
C 0 8 K 5/17		7242-4 J		
5/54		7242-4 J		
5/57		7242-4 J		

審査請求 未請求 請求項の数1(全 6 頁)

(21)出願番号 特願平4-214068

(71)出願人 000002174

積水化学工業株式会社

(22)出願日 平成4年(1992)8月11日

大阪府大阪市北区西天満2丁目4番4号

(72)発明者 戸田 智基

京都市南区吉祥院八反田町8

(72)発明者 村山 之彦

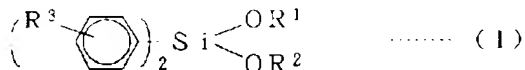
大阪市淀川区西宮原3-3-2-509

(54)【発明の名称】 室温硬化性組成物

(57)【要約】

【目的】 シーリング材として実用に供し得る程度の速い硬化速度の室温硬化性組成物を得る

【構成】 主鎖が本質的にポリエーテルであり、末端に架橋可能な加水分解性シラ基を有する重合体(A) 100重量部と、有機錫化合物(B) 0.1~10重量部と、アミン化合物(C) 0.02~10重量部と、下記の一般式(1)で示されるジアルキルジアルコキシシラン(D) 0.01~8重量部とを含むことを特徴としている

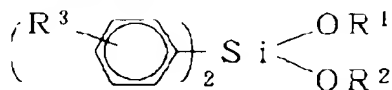


1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) 主鎖が本質的にポリエーテルであり、末端に架橋可能な加水分解性シリル基を有する重合体100重量部と、

(B) 有機錫化合物0.1～10重量部と、



(式中、R¹及びR²はそれぞれ炭素数1～3のアルキル基、R³は、水素または炭素数1～12のアルキル基を示す。)

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、大気中の湿気と反応してゴム状に室温硬化する室温硬化性組成物に関するものであり、特に、硬化速度が速く、シーリング材として有用な室温硬化性組成物に関するものである。

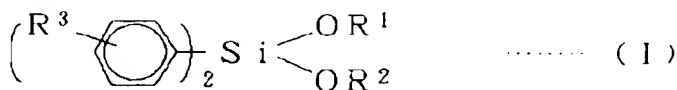
【0002】

【従来の技術】 大気中の湿気と反応してゴム状に硬化する重合体としては、例えば、特公昭58-41291号に記載されているようなポリエーテルが挙げられる。このポリエーテルは、末端にエーテル型アルコキシシリル基を有するオキシアルキレン重合体をVIII族遷移金属の存在下で、下記一般式で表されるヒドロシリコン化合物と反応させることにより得られるポリエーテルである。

【0003】 X_aSi(H)₂R₂

(式中、Rは1価炭化水素基及びハロゲン化1価炭化水素基から選択した基、aは0、1または2の整数、Xはハロゲン原子、アルコキシ基、アシルオキシ基及びケトキシ基より選択した基または原子を示す。)

【0004】 以上のようにして得られるポリエーテル樹脂、特に末端がアルコキシシリル基の樹脂は硬化が速いため、金属化合物等の硬化触媒が用いられる。このよう※



【0009】 (式中、R¹及びR²はそれぞれ炭素数1～3のアルキル基、R³は水素または炭素数1～12のアルキル基を示す。)

本発明において用いられる、主鎖が本質的にポリエーテルであり、末端に架橋可能な加水分解性シリル基を有する重合体(A)としては、例えば、特公昭58-41291号公報に記載された方法、すなわち、末端にエーテル型アルコキシシリル基を有するオキシアルキレン重合体をVIII族遷移金属の存在下で、下記一般式で表されるヒドロシリコン化合物と反応させることによって得られる、末端に加水分解性のシリル基を有するポリエーテルが挙げられる。

【0010】 X_aSi(H)₂R₂

* (C) アミン化合物0.02～10重量部と、

(D) 下記一般式(1)で表されるジアルキルジアルコキシシラン0.01～8重量部とを含有することを特徴とする、室温硬化性組成物

【化1】

--- (1)

※な硬化触媒としては、例えば、ジトリブチルチタネーシ等リチウム系化合物、ジブチル錫ジラウレート等のジアルキル錫カルボキレート系化合物、アミン化合物等が挙げられる。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、これらの化合物単独では一般に触媒活性が低いため、硬化触媒として配合しても硬化速度が遅く、シーリング材等用途においては実用に供し難いという問題があった。

【0006】 本発明の目的は、このような従来の問題点を解消し、適当な硬化触媒の系を用いて、末端に架橋可能な加水分解性シリル基を有する重合体の硬化速度をシーリング材等の用途に使用可能なレベルまで高めた室温硬化性組成物を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】 本発明の室温硬化性組成物は、(A)主鎖が本質的にポリエーテルであり、末端に架橋可能な加水分解性シリル基を有する重合体100重量部と、(B)有機錫化合物0.1～10重量部と、(C)アミン化合物0.02～10重量部と、(D)下記一般式(1)で表されるジアルキルジアルコキシシラン0.01～8重量部とを含有することを特徴としている。

【0008】

【化2】

(式中、Rは1価炭化水素基及びハロゲン化1価炭化水素基から選択した基、aは0、1または2の整数、Xはハロゲン原子、アルコキシ基、アシルオキシ基及びケトキシ基より選択した基または原子を示す。)

これらの化合物の中でも、主鎖がポリオキシメチレンとなるものが硬化物の物性の点から特に好ましい。また、加水分解性シリル基としては、貯蔵安定性の点からアルコキシシリル基が特に好ましい。

【0011】 また、上記の末端に加水分解性シリル基を有するポリエーテルの分子量としては、4000～30000のもの好ましい。4000未満では硬化物の伸びが十分でなく、30000より大きいと粘度が高くなり、配合物としたときの作業性が低下するからである。

【0016】本発明で用いられるアミン化合物(C)としては、例えばトリエチルアミン、オクチルアミン、デシ

【作用】本発明では、主鎖が本質的にポリエーテルであり、末端に架橋可能な加水分解性、シラ基を有する重合体（A）に、有機錫化合物（B）、アミン化合物（C）

50

及びジアリールジアルコキシシラン(D)を所定量配合することにより、著しい硬化速度を上昇させている。このような配合によって硬化速度が上昇する理由についてはその詳細は明らかではないが、ルイス酸である有機錫化合物(B)に、塩基であるアミン化合物(C)及びジアリールジアルコキシシラン(D)が何らかの相互作用をすることにより、末端に架橋可能な加水分解性シラ基を有する重合体(A)のシラ基のシラノールへの加水分解及びシラノール縮合反応に対する有機錫化合物(B)の触媒作用を高めているものと推察される。

【0022】本発明において、ジアリールジアルコキシシラン(D)が特に有効である理由については詳細は明らかではないが、フェニル基が1個結合しているモノアリールシラン化合物に比べ、フェニル基が2個結合しているためケイ素原子上の電荷密度がより高められており、またフェニル基が3個結合したトリアリールシラン化合物に比べると、フェニル基が2個であるためケイ素原子まわりの立体障害もさほど大きくなく、適当な相互作用を示すものと思われる。

【0023】

【実施例】

硬化性組成物の調製

* 主鎖が本質的にホウエーテルであり、末端に架橋可能な加水分解性シラ基を有する重合体(A)として、「サイクル5A03」(商品名)(鐘淵化学社製、分子量8500)を用いて、表1に示す実施例1~11及び表2に示す比較例1~10の配合で硬化性組成物を調製し、120℃で2時間予備乾燥した炭酸カルシウム及び酸化チタンを、「サイクル5A03」及びジオクチルシタレートと共に混合攪拌機に入れ密封状態で混合した後、残りの添加剤をさらに添加し、均一に混合して硬化性組成物とした。

【0024】物性測定方法

①タックフリータイムの測定

JIS-A5758に準拠し、温度23℃湿度60%RHで行った。

②硬化物の引張試験

得られた硬化性組成物について、それぞれ厚さ2mmのシートを作製し、20℃60%RHで1週間養生した後、JIS-K6301に準拠し3号ダンベル試験片を作製して、50mm/分の速度で引張試験を行った。得られた結果を表1及び表2に示す。

【0025】

【表1】

*

		実 施 例										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
(A)	サイリル5A08	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
	炭酸カルシウム	140	140	140	140	140	140	140	140	140	140	140
	酸化チタン	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
	ジオクチルフタレート	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30
(B)	ジブチル錫ジラウレート	2	—	—	—	—	—	—	4	—	—	—
(B)	ビス(ジブチル錫ジラウレート)オキサイド	—	2	2	3	2	2	2	—	3	3	3
(C)	ラウリルアミン	3	—	2	—	2	2	—	3	—	—	—
(C)	N-[2-アミノエチル]-3-アミノプロピルトリメトキシシラン	3	2	—	—	—	—	2	—	—	—	—
(C)	N-[2-アミノエチル]-3-アミノプロピルメチルジメトキシシラン	—	—	—	2	2	3	—	—	—	—	—
(C)	オクチルアミン	—	—	—	—	—	—	—	—	2	—	—
(C)	ベンジルアミン	—	—	—	—	—	—	—	—	—	3	—
(C)	ジ-n-オクチルアミン	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	5
(D)	ジフェニルジメトキシシラン	1	0.5	0.8	1	0.4	0.1	—	1	0.8	0.8	1
(D)	ジフェニルジエトキシシラン	—	—	—	—	—	—	0.5	—	—	—	—
タックフリータイム (分)		45	45	45	30	30	45	60	30	45	45	60
ダンベル 引張物性	50%モジュラス(kg/cm ²)	1.8	2.3	2.0	2.1	2.1	2.7	2.2	1.7	1.8	1.8	1.5
	破断伸び (%)	750	640	670	790	740	680	640	770	760	770	750
	破断強度(kg/cm ²)	8.1	9.3	9.5	10.3	9.2	9.9	9.1	7.4	7.5	7.8	7.3

【0026】

【表2】

		比較例									
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
(A) サイリル5A03		100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
炭酸カルシウム		140	140	140	140	140	140	140	140	140	140
酸化チタン		20	20	20	20	20	20	20	20	20	20
ジオクチルマレート		30	30	30	30	30	30	30	30	30	30
(B) ジブチル錫マレート		3	—	—	—	—	—	—	—	—	—
(B) ビス(ジブチル錫マレート)オキサイド		—	2	2	2	2	2	2	2	2	2
(C) ラウリルアミン		3	—	—	2	4	—	—	—	—	—
(C) N-[2-アミノエチル]-3-アミノプロピルトリメトキシシラン		3	2	4	—	—	—	—	2	2	2
(D) フェニルジメトキシシラン		—	—	—	—	—	1	2	—	—	—
フェニルトリメトキシシラン		—	—	—	—	—	—	—	0.5	—	—
メチルフェニルジメトキシシラン		—	—	—	—	—	—	—	—	0.5	—
トリフェニルエトキシシラン		—	—	—	—	—	—	—	—	—	0.5
タックフリータイム (分)		>120	120	90	>120	120	>120	>120	120	120	120
ダンベル 引張物性	50%モジュラス(kg/cm ²)	—	3.0	3.3	—	2.4	—	—	2.3	2.1	2.9
	破断伸び(%)	—	510	490	—	590	—	—	650	680	500
	破断強度(kg/cm ²)	—	10.5	11.4	—	9.5	—	—	9.3	9.2	9.7

【0027】表2において、比較例1、4、6及び7は硬化が遅いので、ダンベル引張物性の測定は行わなかった。表1及び表2の結果から明らかなように、本発明に従う実施例の硬化性組成物は、タックフリータイムが非常に短く、硬化速度の速い硬化性組成物である。

【0028】

【発明の効果】以上説明したように、本発明では、主鎖が本質的にポリエーテルであり、末端に架橋可能な加水*

* 分解性シリル基を有する重合体(A)に、有機錫化合物(B)、アミン化合物(C)及びジアリーールジアルコキシシラン(D)を所定量配合することにより、引張物性等の必要なシーラント特性を満足しつつ、硬化速度の速い硬化性樹脂組成物としている。従って、本発明の室温硬化性組成物は、シーリング材等の用途に用いられる実用レベルの硬化速度を示し、シーリング材等に用いて有用なものである。